

\* \* \* \* \* PATENT # 1 \* \* \* \* \*

[KOKAI NUMBER]  
H08-268794

[IPC]  
C30B 15/20  
C30B 29/06 502  
// H01L 21/208

[PATENTEE/ASSIGNEE CODE]  
000205351

[PATENTEE/ASSIGNEE]  
Sumitomo SITIX K.K.

[INVENTOR]  
Eiji KAJITA  
Masataka HOURAI

[PATENT ATTORNEY]  
Motoshige UBUKATA (and 1 other person)

[TITLE]  
Single crystal silicon cultivation method

[SUMMARY]  
[OBJECT]

The ratios  $V/G$  ( $\text{mm}^2/\text{degree Celsius, min}$ ) of crystal cultivation speed  $V$  ( $\text{mm/min}$ ) to temperature slope  $G$  ( $\text{degree Celsius/mm}$ ) of the crystal axial direction to 1300 degrees C are controlled with high precision from the fusing point of a silicon.  
The position made into aim is made to generate OSF ring.

[SUMMARY OF THE INVENTION]

$G$  is obtained by temperature distribution calculation of the whole in the furnace which used heat transfer calculation.  
Radiation from a solvent is controlled by the radiation interrupter 7 or the radiation reflector 9, and  $G$  is operated by it.

[CLAIMS]

[CLAIM 1]

When manufacturing a silicon single crystal by the Czochralski method, it obtains for the temperature distribution inside a single crystal by temperature distribution calculation of the whole in the furnace which used heat transfer calculation.  
A temperature distribution for which it obtained is used and radiation from a solvent is interrupted and/or reflected.  
This operates the temperature distribution inside a single crystal and the single crystal silicon cultivation method which is characterised by the aforementioned.

[CLAIM 2]

It becomes as follows by temperature distribution calculation of the whole in the furnace which used heat transfer calculation.  
Temperature slope  $G$  ( $\text{degree Celsius/mm}$ ) of the crystal axial direction to 1300 degrees C is obtained from the fusing point of a silicon.  
 $V$  is operated so that the ratios  $V/G$  ( $\text{mm}^2/\text{degree Celsius, min}$ ) of crystal cultivation speed  $V$  ( $\text{mm/min}$ ) and obtained temperature slope  $G$  ( $\text{degree Celsius/mm}$ ) may be controlled by the desired value.  
 $G$  is operated by an interruption and/or the reflection of the radiation from a solvent, and a single crystal silicon cultivation method given in the claim 1 which is characterised by the aforementioned.

[CLAIM 3]

Temperature distribution calculation is corrected by the temperature measurement value of the circumference of a single crystal.  
A single crystal silicon cultivation method given in the claims 1 or 2 which are characterised by the aforementioned.

[DETAILED DESCRIPTION OF INVENTION]

[0001]

[INDUSTRIAL APPLICATION]

This invention relates to the cultivation method of the silicon single crystal by the Czochralski method (henceforth CZ method).

Especially, it relates to the single crystal cultivation method which operates a temperature distribution of that inside and controls crystal quality during cultivation of a single crystal.

[0002]

[PRIOR ART]

There are various manufacturing methods of the silicon single crystal as high integration semiconductor element material currently used. However, as a method which can be mass-produced, CZ method is mainly adopted industrially and the enforcement state of CZ method is shown in a figure 3.

[0003]

The crucible 1 of the double structure in which the outer side comprised by the graphite in CZ method in which the normal inner side comprised with the quartz is used.

The raw material silicon accommodated in the crucible 1 is heated at the heater 2 arranged on the outer side of a crucible 1, and is fused.

That silicon solvent 3 is become as follows by rising the wire 5 attached in the seed crystal 4 at the lower end.

It can pull up from a crucible 1 gradually and at this time, the crucible 1 and the seed crystal 4 are rotated.

The single crystal 6 of the shape of a cylinder which the silicon solvent 3 solidified by this is raised and a normal crystal cultivation speed adopted is 1.0 to 2.0mm/min.

[0004]

In cultivation of the silicon single crystal by this type of CZ method, after processing a single crystal into a wafer, it becomes as follows by performing a heat treatment.

It is known that the acid induction stacking fault of the shape of a ring called OSF ring to a wafer surface will generate.

[0005]

OSF ring is generated and the oxygen sludge with a high thermal stability which grew during crystal cultivation in that inner side area is distributed by the high density which is about  $10^6 \text{ cm}^{-3}$ .

The withstand-pressure characteristic of a gate oxide film reduces. On the one hand, in the outer side area of OSF ring, the oxide film withstand-pressure characteristic is satisfactory.

However, the transposition cluster whose size is about 400nm generates by the density of about  $10^3 \text{ pieces/cm}^2$ .

Like this, the physical property of a wafer differs OSF ring greatly on the boundary on the inner side and the outer side.

[0006]

The silicon single crystal manufactured by CZ method is used in high integration semiconductor element material.

However, the reliability and the yield of a high integration semiconductor element depend to the physical property of a single crystal wafer strongly.

For this reason, the position of OSF ring is controlled by

In a control of V/G, it becomes as follows by temperature distribution calculation of the whole in the furnace which used heat transfer calculation.

Temperature slope G (degree Celsius/mm) of the crystal axial direction to 1300 degrees C is obtained from the fusing point of a silicon.

V is operated so that the ratios V/G (mm<sup>2</sup>/degree Celsius, min) of crystal cultivation speed V (mm/min) and obtained temperature slope G (degree Celsius/mm) may be controlled by the desired value and G is operated by an interruption and/or the reflection of the radiation from a solvent.

[0013]

Desirably, temperature distribution calculation is corrected by the temperature measurement value of the circumference of a single crystal.

[0014]

[Effect]

In a control of V/G, it is indispensable technology to control the temperature slope of a single crystal axial direction during cultivation of a single crystal.

Obtain for the temperature distribution inside a single crystal with this control technology, cultivating.

And, two of operating that temperature distribution are required.

If it says by control of V/G, both obtaining G and the thing which G is operated are required.

[0005]

About obtaining for the temperature distribution inside a single crystal, it becomes as follows by measuring the temperature of the circumference of a single crystal in a lot of locations.

Although this is made once, a lot of measuring devices will be set then in the furnace.

For this reason, contamination of a single crystal becomes a problem, cultivating then in the furnace. By this invention, temperature distribution calculation of the whole in the furnace which used heat transfer calculation performs this there.

[0006]

Specifically, it becomes as follows from performing heat transfer calculation in consideration of each item, such as radiation heat exchange of the whole in the furnace, the boundary surface shape of a single crystal and a solvent, a heater power, and single crystal cultivation speed.

It obtains for the temperature distribution inside a single crystal and G is obtained in a control of V/G.

[0007]

In the item here and the radiation heat exchange of the whole in the furnace, this invention performs an interruption and the reflection of the radiation from a solvent to the others of the shape of the heat insulator in a furnace, and an insulator, and the length of the single crystal during cultivation.

Therefore the present position of an interrupter or a reflector etc. needs to be taken into consideration.

About an item and the boundary surface shape of a single crystal and a solvent, it can obtain from Stefan conditions and a Boundary-fitted method.

[0008]

According to temperature distribution calculation in the furnace which used heat transfer calculation, the number of temperature measure fixed points is reduced and it can obtain for the temperature distribution inside a single crystal with high precision.

In addition, since the temperature measurement in this case is for a

cultivation of the silicon single crystal by CZ method.  
It becomes important technology to make the position made into aim  
generate OSF ring.

[0007]

In relation to this, these inventors set crystal cultivation speed to  $V$  (mm/min).

The temperature slope of the crystal axial direction in the temperature range to 1300 degrees C is set to  $G$  (degree Celsius/mm) from the fusing point of a silicon.

It finds out then that the generation position of OSF ring is uniquely decided by  $V/G$  (mm<sup>2</sup>/degree Celsius, min).

It becomes as follows by Japanese Patent Application No. 6-148939.

$V/G$  is made or more into 2.5, and the periphery of the wafer not used in element manufacture is made to generate OSF ring.

The single crystal manufacture method which makes the distribution density of the oxygen sludge inside OSF ring as below 2.0 degree C / min the cooling speed in the temperature range to 1150 degrees C to 1000 degrees C reduce was proposed.

[0008]

[PROBLEM ADDRESSED]

These inventors make the position made into aim generate OSF ring in the single crystal manufacture method proposed previously.

For this reason, it is important technology to control  $V/G$  with high precision.

[0009]

However, in training of the silicon single crystal by CZ method, as shown in a figure 3, the single crystal 6 during training receives radiation heat from a solvent 3.

On the one hand, the radiation de-heat from a single crystal 6 exists.

It associates with the growth of a single crystal 5, and that length changes.

For this reason, an axial direction distribution of the amount of radiation de-heats from a single crystal 6 changes every moment sometimes.

Therefore,  $G$  is not uniformly maintained during cultivation of a single crystal 6 and  $V/G$  is controlled.

For that, a detection and the operation of not only  $V$  but  $G$  are required.

However, as mentioned above, in actual operation, a detection and the operation of  $V$  are difficult, so a control of  $V/G$  is very difficult.

Therefore, it is not easy to make the position made into aim generate OSF ring (refer to the conventional method in a figure 2).

[0010]

The purpose of this invention operates the temperature distribution inside a single crystal with mind at the time while cultivating.

It is in providing the single crystal silicon cultivation method which  $V/G$  does a control and can control OSF ring generation position with high precision by that cause.

[0011]

[SOLUTION OF THE INVENTION]

When the single crystal silicon cultivation method of this invention manufactures a silicon single crystal by CZ method, it obtains for the temperature distribution inside a single crystal by temperature distribution calculation of the whole in the furnace which used heat transfer calculation.

A temperature distribution for which it obtained is used and radiation from a solvent is interrupted and/or reflected.

This operates the temperature distribution inside a single crystal.

[0012]

correction of temperature distribution calculation, it is not necessarily required.

When performing a temperature measurement, although it is desirable to measure the degree of crystal surface temperature in a constant distance from a solid-liquid boundary surface, in this invention, temperature distribution calculation is performed over the whole in the furnace.

For this reason, you may measure the temperature of the specific position of the radiation interrupter responded in a temperature distribution of a single crystal, or a heat insulator.

[0009]

It becomes as follows about the operation of a temperature distribution. Radiation from a solvent is interrupted and/or reflected in this invention.

The temperature of the boundary surface of a single crystal and a solvent is constant.

Therefore it becomes as follows by interrupting radiation to a single crystal from a solvent, and lowering the temperature of a single crystal.

The temperature slope of a single crystal axial direction serves as size and  $G$  can be enlarged in a control of  $V/G$ .

On the one hand, the high reflector of a reflecting rate is set above a solvent, and single crystal toward reflection of the radiation from a solvent is done.

Thereby, the temperature of a single crystal becomes high and the temperature slope of a single crystal axial direction serves as smallness.

In a control of  $V/G$ ,  $G$  can be made small and moreover, it is also possible to use both interruption and reflection simultaneously and to operate  $G$ .

[0010]

A highly precise control of  $V/G$  is attained in this way.  
The position aimed at can be made to generate OSF ring.

[0011]

[Embodiment]

The apparatus composition appropriate to carrying out this invention is shown in a figure 1.

[0012]

It relates to a figure 1, wherein 7 is the radiation interrupter of the shape of a cylinder provided at the upper part of a crucible 2 so that the raising path of a single crystal 6 may be surrounded.

The radiation interrupter 7 consists of carbon, for example.

The single crystal 6 which can be pulled up from the solvent 3 in a crucible 1 is accommodated.

Radiation to a single crystal 6 is interrupted from a solvent 3.

Moreover, the control of that amount of interruptions is done.

For this reason, it is made to move the radiation interrupter 7 up and down by the drive part 8.

[0013]

9 is the radiation reflector of the shoes do an array setting in the direction of a periphery so that the rise and fall path of the radiation interrupter 7 may be surrounded.

The radiation reflector 9 consists of the Mo plate which grinded the surface to the mirror surface, for example.

Radiation from a solvent 3 is reflected in a single crystal 6.

Moreover, the control of that reflecting quantity is done.

For this reason, as for each radiation reflector 9, an angle is regulated by the drive part 10.

[0014]

11 is a temperature measurement meter and the temperature of the



point of constant distance is measured from the solid-liquid boundary surface of the surface of a single crystal 6.

[0015]

12 is a G calculator which obtains temperature slope G of the crystal axial direction in the temperature range from the fusing point of a silicon to 1300 degrees C.

The position information on the radiation interrupter 7 is given to the G calculator 12 from the drive part 8.

Moreover, the temperature information on the circumference of a single crystal is given the angle information on the radiation reflector 9 from the drive part 10 from a total of the temperature measurement 11, respectively.

Furthermore, the length of the shape of the heat insulator in a furnace and an insulator and the single crystal 6 during cultivation and cultivation speed V, the boundary surface shape of a single crystal 5 and the solvent 3, and the each information about the power of a heater 2 are also given.

[0016]

And the G calculator 12 uses these informations except the temperature measured value of a single crystal 6, and performs temperature distribution calculation of the whole in the furnace by heat transfer calculation.

Furthermore G is obtained by using a temperature measured value and correcting that temperature distribution calculation.

[0017]

13 is V / G controller and V / G controller 13 calculates V/G from G and single crystal cultivation speed V which were obtained.

V is operated so that that calculation value may be in accord with V / G set point.

It joins, it points to the position of the radiation interrupter 7, or the angle of the radiation reflector 9 among the drive parts 8 and 10, and G is operated.

Moreover the power of a heater 2 is also operated according to necessity.

[0018]

V/G is controlled by that set point for the all period of single crystal cultivation.

Consequently, OSF ring produced when the cultivated single crystal is processed into a wafer and that wafer is heat-treated is controlled by the predetermined position.

[0019]

It is the estimation by the calculation under a certain assumption (constant set point of Cvez, Ciez, Dv, and Di).

However, the density//concentration (a hole and silicon between grating//lattices) of the point defect in T= 1300 degrees C to 1250 degrees C in a crystal is mostly decided by V/G.

After that, this point defect reacts with an oxygen and generates the oxygen sludge or its secondary defect (transposition) of a various size and density etc.

Therefore, V/G is controlled uniformly and thereby, the generation position of OSF ring becomes constant over the entire crystal.

Furthermore, a distribution (inplane and size-density distribution by the axial direction) of defects, such as an oxygen sludge, also becomes constant.

[0020]

However, at the time of Tail part formation of the crystal cultivation last stage, and the crystal separation from a subsequent solvent, a crystal is cooled quickly.

At this time, the quenching of the low warm Tails side is done from high temperature Top side.

For this reason, these parts do not serve as a uniform defect distribution.

Therefore, the generation position of OSF ring is not controlled by the part which corresponds in the first stage or the latter half of cultivation.

The defect of a part which does not become uniform is a defect formed below 100 to 850 degrees C at the time of crystal cooling.

It is a very small sludge.

On the one hand, the defect formed above 1000 to 850 degrees C is greatly stabilizing, and is become as follows.

It becomes uniform covering crystal full length.

This type of kind of defect is stabilizing also in the device process.

It remains to a device active region (the surface (near)) reliably and a characteristic is degraded.

[0021]

Next the result which used the apparatus shown in a figure 1 and actually controlled V/G is explained.

[0022]

[Embodiment 1]

High purity polycrystal silicon 50kg is put into a quartz crucible with a diameter of 16". The dope of the boron is done.

The heating dissolution of the polycrystalline silicon was done.

Then, the crystal cultivation bearing cultivated the single crystal of <100> the length of 1000mm for the diameter of 150mm.

During single crystal cultivation, the degree of surface temperature of a crystal is measured with a radiation thermometer.

V/G is calculated by the single crystal temperature distribution calculation system.

Single crystal cultivation speed is operated so that V/G may be set to 0.28mm<sup>2</sup>/degree Celsius and min (constant).

The internal diameter distributed around the single crystal made the cylinder-like radiation reflector which consists of carbon with a 300mmx thickness of 30mm move up and down.

[0023]

Cutting heat treatment of the sample was done in parallel with a crystal axial direction from the cultivated single crystal.

Then, the generation position of OSF ring was investigated.

OSF ring removes the part in the latter half of cultivation (20mm in early stages of cultivation, and 100mm).

It had generated in the 67mm nearly position from the centre.

[0024]

[Embodiment 2]

High purity polycrystal silicon 50kg is put into a quartz crucible with a diameter of 16". The dope of the boron is done.

The heating dissolution of the polycrystalline silicon was done.

Then, the crystal cultivation bearing cultivated the single crystal of <100> the length of 1000mm for the diameter of 150mm.

During single crystal cultivation, the degree of surface temperature of a crystal is measured with a radiation thermometer.

V/G is calculated by the single crystal temperature distribution calculation system.

Single crystal cultivation speed is operated so that V/G may be set to 0.22mm<sup>2</sup>/degree Celsius and min (constant).

The angle of the radiation reflector (the size of 1 sheet is 250mmx150mm) made from five Mo plates which distributed around the single crystal and grinded the surface to the mirror surface was operated.

[0025]

Cutting heat treatment of the sample was done in parallel with a crystal axial direction from the cultivated single crystal.

Then, the generation position of OSF ring was investigated. OSF ring removes the part in the latter half of cultivation (20mm in early stages of cultivation, and 100mm). It had generated in the 15mm nearly position from the centre.

[0026]

[Embodiment 3]

High purity polycrystal silicon 50kg is put into a quartz crucible with a diameter of 16". The dope of the boron is done. The heating dissolution of the polycrystalline silicon was done. Then, the crystal cultivation bearing cultivated the single crystal of <100> the length of 1000mm for the diameter of 150mm. During single crystal cultivation, the degree of surface temperature of a crystal is measured with a radiation thermometer. V/G is calculated by the single crystal temperature distribution calculation system. V/G is 0.22mm<sup>2</sup>/degree Celsius and min until 500mm in the cultivation length of a single crystal. After 500mm, cultivation length operates single crystal cultivation speed so that it may be set to 0.28mm<sup>2</sup>/degree Celsius and min. The position of a carbon radiation reflector and the angle of Mo radiation reflector were operated.

[0027]

Cutting heat treatment of the sample was done in parallel with a crystal axial direction from the cultivated single crystal. Then, the generation position of OSF ring was investigated. OSF ring is generated in a 15mm nearly position from a centre in the part to 20mm to 450mm. From 450mm, it is a peripheral toward change gradually. In the part until it leaves 550 to 100mm, it generated in the 67mm nearly position from the centre.

[0028]

OSF ring generation position in an each embodiment is shown in a figure 2.

Moreover, OSF ring generation position in the case of the conventional method which does not control V/G for comparison is shown.

As shown in the said figure, a highly precise control of V/G is attained by this invention.

The position made into aim can be made to generate OSF ring.

Incidentally, the conventional method is the case where aimed at making a 35mm position generate OSF ring from the centre of a crystal, and crystal cultivation is performed.

However, actual OSF ring generation position is greatly shifted from the aim position.

[0029]

[EFFECT OF THE INVENTION]

As having stated above.

The single crystal silicon cultivation method of this invention searches for the temperature slope inside a single crystal by temperature distribution calculation of the whole in the furnace which used heat transfer calculation.

And the temperature slope inside a single crystal is operated by an interruption and/or the reflection of the radiation from a solvent. This enables a highly precise control of V/G.

There is an effect of the ability of the position made into aim by this to be made to generate OSF ring.

[BRIEF EXPLANATION OF DRAWINGS]

[FIGURE 1]

It is the block diagram of the apparatus appropriate to carrying out this invention.



[FIGURE 2]

It is the graph which shows this effect of the invention.

[FIGURE 3]

It is the schematic section view showing the enforcement state of a Czochralski method.

[EXPLANATION OF DRAWING]

- 1 Crucible
- 2 Heating Heater
- 3 Solvent
- 4 Seed Crystal
- 5 Wire
- 6 Single Crystal
- 7 Radiation Interrupter
- 9 Radiation Reflector

特開平8-268794

(43) 公開日 平成8年(1996)10月15日

(51) Int. Cl. <sup>4</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 3 0 B 15/20			C 3 0 B 15/20	
29/06	5 0 2	7202-4G	29/06	5 0 2 E
H 0 1 L 21/208			H 0 1 L 21/208	P

審査請求 未請求 請求項の数 3 F D (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平7-100173

(22) 出願日 平成7年(1995)3月30日

(71) 出願人 000205351

住友シチックス株式会社  
兵庫県尼崎市東浜町1番地

(72) 発明者 梶田 栄治

佐賀県杵島郡江北町大字上小田2201番地  
住友シチックス株式会社九州事業所内

(72) 発明者 宝来 正隆

佐賀県杵島郡江北町大字上小田2201番地  
住友シチックス株式会社九州事業所内

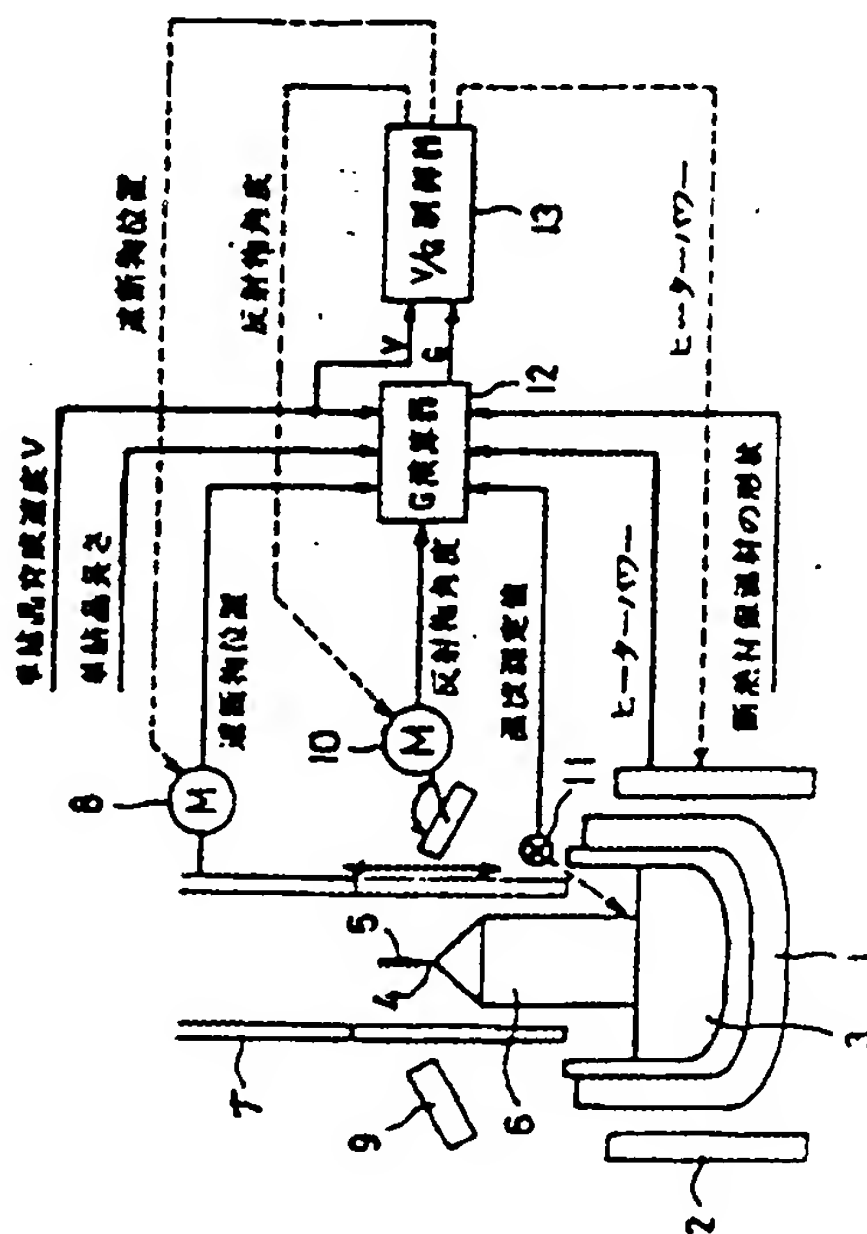
(74) 代理人 弁理士 生形 元重 (外1名)

(54) 【発明の名称】 単結晶シリコン育成方法

(57) 【要約】

【目的】 シリコンの融点から1300℃までの結晶軸方向の温度勾配G (℃/mm) に対する結晶育成速度V (mm/min) の比V/G (mm<sup>2</sup>/℃・min) を高精度に制御し、狙いとする位置にOSFリングを発生させる。

【構成】 伝熱計算を用いた炉内全体の温度分布計算によりGを求める。輻射遮断物7または輻射反射物9により融液からの輻射を制御してGを操作する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 チョクラルスキー法によってシリコン単結晶を製造する際に、伝熱計算を用いた炉内全体の温度分布計算により単結晶内部の温度分布を求め、求めた温度分布を用いて融液からの輻射を遮断および／または反射することにより、単結晶内部の温度分布を操作することを特徴とする単結晶シリコン育成方法。

【請求項2】 伝熱計算を用いた炉内全体の温度分布計算により、シリコンの融点から1300℃までの結晶軸方向の温度勾配 $G$  (℃/mm) を求め、結晶育成速度 $V$  (mm/min) と求めた温度勾配 $G$  (℃/mm) との比 $V/G$  (mm<sup>2</sup>/℃・min) が目標値に制御されるように、 $V$  を操作すると共に融液からの輻射の遮断および／または反射により $G$  を操作することを特徴とする請求項1に記載の単結晶シリコン育成方法。

【請求項3】 単結晶周囲の温度計測値により温度分布計算を補正することを特徴とする請求項1または2に記載の単結晶シリコン育成方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、チョコラルスキー法（以下CZ法という）によるシリコン単結晶の育成方法に関し、更に詳しくは、単結晶の育成中にその内部の温度分布を操作して結晶品質を制御する単結晶育成方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 高集積半導体素子材料として用いられているシリコン単結晶の製造方法は種々あるが、工業的に量産が可能な方法としては主にCZ法が採用されている。CZ法の実施状態を図3に示す。

【0003】 CZ法では通常、内側が石英、外側が黒鉛で構成された二重構造の坩堝1が用いられる。坩堝1内に収容された原料シリコンは坩堝1の外側に配置されたヒーター2により加熱されて溶融する。そのシリコン融液3は、下端に種結晶4に取り付けたワイヤ5を上昇させることにより、坩堝1から徐々に引き上げられる。このとき坩堝1および種結晶4を回転させる。これによりシリコン融液3が凝固した円柱状の単結晶6が育成される。通常採用される結晶育成速度は1.0～2.0 mm/minである。

【0004】 このようなCZ法によるシリコン単結晶の育成では、単結晶をウェーハに加工したのち熱処理を行うことによって、ウェーハ面にOSFリングと呼ばれるリング状の酸誘起積層欠陥が発生することが知られている。

【0005】 OSFリングが発生すると、その内側領域では結晶育成中に成長した熱的安定性の高い酸系析出物が $10^5 \sim 10^6 \text{ cm}^{-2}$ 程度の高密度で分布し、ゲート酸化膜の耐圧特性が低下する。一方、OSFリングの外側領域では、酸化膜耐圧特性は良好であるが、大きさが約400

nmの転位クラスターが約 $10^3 \text{ 個/cm}^2$ の密度で発生する。このように、OSFリングを境に内側と外側とではウェーハの物理的性質が大きく異なるのである。

【0006】 CZ法により製造されるシリコン単結晶は高集積半導体素子材料に用いられるが、高集積半導体素子の信頼性および歩留は単結晶ウェーハの物理的性質に強く依存するため、CZ法によるシリコン単結晶の育成ではOSFリングの位置を制御し、狙いとする位置にOSFリングを発生させることが重要な技術となる。

10 【0007】 これに関連して本発明者らは、結晶育成速度を $V$  (mm/min) とし、シリコンの融点から1300℃までの温度範囲における結晶軸方向の温度勾配を $G$  (℃/mm) とするとき、 $V/G$  (mm<sup>2</sup>/℃・min) によりOSFリングの発生位置が一義的に決まることを見出し、特開平6-148939号により、 $V/G$  を2.5以上にしてOSFリングを素子製造に使用されないウェーハの外周部に発生させると共に、1150℃から1000℃までの温度範囲における冷却速度を2.0℃/min以下としてOSFリングの内側での酸系析出物の分布密度を低下させる単結晶製造法を提案した。

## 【0008】

【発明が解決しようとする課題】 本発明者らが先に提案した単結晶製造法では、狙いとする位置にOSFリングを発生させるために、 $V/G$  を高精度に制御することが重要な技術となっている。

30 【0009】 しかし、CZ法によるシリコン単結晶の育成では、図3に示すように、育成中の単結晶6が融液3から輻射熱を受ける一方、単結晶6からの輻射熱が存在する。単結晶5の成長に伴いその長さが変化するために、単結晶6からの輻射熱量の軸方向分布は時々刻々と変化する。そのため、 $G$  は単結晶6の育成中一定には維持されない。 $V/G$  を制御するためには、 $V$  だけでなく $G$  の検出および操作が必要であるが、上述したように実際の操作では $V$  の検出および操作が困難なため、 $V/G$  の制御は非常に難しく、従って、狙いとする位置にOSFリングを発生させることは容易でない（図2中の従来法参照）。

40 【0010】 本発明の目的は、育成中の単結晶内部の温度分布を意のままに操作することにより、 $V/G$  の制御についてはOSFリング発生位置の制御を高精度に行い得る単結晶シリコン育成方法を提供することにある。

## 【0011】

【課題を解決するための手段】 本発明の単結晶シリコン育成方法は、CZ法によってシリコン単結晶を製造する際に、伝熱計算を用いた炉内全体の温度分布計算により単結晶内部の温度分布を求め、求めた温度分布を用いて融液からの輻射を遮断および／または反射することにより、単結晶内部の温度分布を操作するものである。

50 【0012】  $V/G$  の制御では、伝熱計算を用いた炉内全体の温度分布計算により、シリコンの融点から130

0℃までの結晶軸方向の温度勾配 $G$  (℃/mm)を求め、結晶育成速度 $V$  (mm/min)と求めた温度勾配 $G$  (℃/mm)との比 $V/G$  (mm<sup>2</sup>/℃・min)が目値値に制御されるように、 $V$ を操作すると共に融液からの輻射の遮断および/または反射により $G$ を操作する。

【0013】望ましくは、単結晶周囲の温度計測値により温度分布計算を補正する。

【0014】

【作用】 $V/G$ の制御では、単結晶の育成中に単結晶軸方向の温度勾配を制御することが不可欠の技術である。この制御技術では、育成中の単結晶内部の温度分布を求めることと、その温度分布を操作することの2つが必要である。 $V/G$ の制御で言えば $G$ を求めることと $G$ を操作することが共に必要である。

【0005】単結晶内部の温度分布を求めることについては、単結晶周囲の温度を多くの箇所で測定することにより一応これが可能となるが、炉内に多くの測定器を設置することになるため、炉内や炉内で育成中の単結晶の汚染が問題になる。そこで本発明では伝熱計算を用いた炉内全体の温度分布計算によりこれを行う。

【0006】具体的には、例えば①炉内全体の輻射熱交換、②単結晶と融液との界面形状、③ヒータパワーおよび④単結晶育成速度等の各項目を考慮して伝熱計算を行うことにより、単結晶内部の温度分布を求め、 $V/G$ の制御では $G$ を求める。

【0007】ここで①の項目、すなわち炉内全体の輻射熱交換では、炉内の保温材および断熱材の形状、育成中の単結晶の長さの他に、本発明では融液からの輻射の遮断や反射を行うので、遮断物や反射物の現在位置なども考慮する必要がある。また、②の項目、すなわち単結晶と融液の界面形状については、Stefan条件とBoundary-fitted法から求めることができる。

【0008】伝熱計算を用いた炉内温度分布計算によれば、温度測定点の数を少なくして、単結晶内部の温度分布を高精度に求めることができる。なお、この場合の温度測定は温度分布計算の補正のためであるので必ずしも必要ではない。温度測定を行う場合、結晶表面温度を固液界面から一定の距離で測定することが好ましいが、本発明では温度分布計算を炉内全体にわたって行うために、単結晶の温度分布に匹敵する輻射遮断物や保温材の特定位置の温度を測定してもよい。

【0009】温度分布の操作については、本発明では融液からの輻射を遮断および/または反射する。単結晶と融液との界面の温度は一定であるので、融液から単結晶への輻射を遮断して単結晶の温度を下げることににより、単結晶軸方向の温度勾配は大となり、 $V/G$ の制御では $G$ を大きくすることができる。一方、融液の上方に反射率の高い反射物を設置して融液からの輻射を単結晶へ反射することにより、単結晶の温度が高くなって単結晶軸方向の温度勾配が小となり、 $V/G$ の制御では $G$ を小さく

くすることができる。また、遮断および反射の両方を同時に用いて $G$ を操作することも可能である。

【0010】かくして $V/G$ の高精度な制御が可能となり、狙った位置にOSFリングを発生させることができる。

【0011】

【実施例】図1に本発明を実施するのに適した装置構成を示す。

【0012】図1において、7は単結晶6の引き上げ路を包囲するように、増埧2の上方に設けた円筒状の輻射遮断物である。輻射遮断物7は例えばカーボンからなり、増埧1内の融液3から引き上げられる単結晶6を収容して、融液3から単結晶6への輻射を遮断する。また、その遮断量をコントロールするために、輻射遮断物7は駆動部8により上下に移動させられる。

【0013】9は輻射遮断物7の昇降路を取り囲むように、周方向に配列設置された複数の輻射反射物である。輻射反射物9は例えば表面を鏡面に研磨したMo板からなり、融液3からの輻射を単結晶6に反射させる。また、その反射量をコントロールするために、それぞれの輻射反射物9は駆動部10により角度が調節される。

【0014】11は温度測定計であり、単結晶6の表面の固液界面から一定距離の点の温度を測定する。

【0015】12はシリコンの融点から1300℃までの温度範囲における結晶軸方向の温度勾配 $G$ を求める $G$ 演算器である。 $G$ 演算器12には駆動部8から輻射遮断物7の位置情報が与えられる。また、駆動部10からは輻射反射物9の角度情報が、温度測定計11からは単結晶周囲の温度情報がそれぞれ与えられる。更には、炉内の保温材および断熱材の形状、育成中の単結晶6の長さおよび育成速度 $V$ 、単結晶5と融液3との界面形状、ヒータ2のパワーについての各情報も与えられる。

【0016】そして $G$ 演算器12は、単結晶6の温度測定値を除くこれらの情報を用いて伝熱計算により炉内全体の温度分布計算を行い、更に温度測定値を用いてその温度分布計算の補正を行うことにより $G$ を求める。

【0017】13は $V/G$ 制御器である。 $V/G$ 制御器13は求められた $G$ と単結晶育成速度 $V$ とから $V/G$ を計算すると共に、その計算値が $V/G$ 設定値と一致するように $V$ を操作し、合わせて輻射遮断物7の位置や輻射反射物9の角度を駆動部8、10に指示して $G$ を操作する。また必要に応じてヒータ2のパワーも操作する。

【0018】かくして、単結晶育成の全期間にわたって $V/G$ がその設定値に制御される。その結果、育成された単結晶をウェーハに加工しそのウェーハを熱処理したときに生じるOSFリングが所定位置に制御される。

【0019】すなわち、ある仮定( $C_v$ ,  $C_s$ ,  $D_v$ ,  $D_s$ の定数設定値)の下での計算による推定であるが、 $V/G$ によって結晶内の $T=1300℃\sim 1250℃$ における点欠陥の濃度(空孔と格子間シリコン)が



ほぼ決まり、この点欠陥がその後、酸素と反応して種々のサイズおよび密度の酸素析出物またはその2次欠陥(転位)等が発生させる。そのため、V/Gを一定に制御することにより、OSFリングの発生位置が結晶全体にわたって一定になる。更に、酸素析出物等の欠陥の分布(面内および軸方向でのサイズ-密度分布)も一定になる。

【0020】ただし、結晶育成末期のTail部形成時およびその後の融液からの結晶切り離し時には、結晶が急速に冷却される。このとき、Top側は低温からTail側は高温から急冷されるために、これらの部分は均一な欠陥分布とはならない。そのため、育成初期および後期に対応する部分では、OSFリングの発生位置が制御されない。均一にならない部分の欠陥は、100~850℃以下で結晶冷却時に形成される欠陥であり、非常に小さい析出物である。一方、1000~850℃以上で形成される欠陥は大きく安定で、結晶全長にわたって均一になる。このような欠陥はデバイスプロセス中でも安定であり、確実にデバイス活性領域(表面近傍)に残留し、特性を劣化させる。

【0021】次に図1に示す装置を用いて実際にV/Gを制御した結果を説明する。

【0022】〔実施例1〕直径16"の石英ルツボに高純度多結晶シリコン50kgを入れ、ボロンをドーブし、多結晶シリコンを加熱溶解したのち、直径150mmで結晶育成方位が〈100〉の単結晶を長さ1000mm育成した。単結晶育成中は、輻射温度計で結晶の表面温度を計測して、単結晶温度分布計算システムでV/Gを計算し、V/Gが0.28mm<sup>2</sup>/℃・min(一定)になるように、単結晶育成速度を操作すると共に、単結晶の周りに配した内径300mm×厚さ30mmのカーボンからなる円筒状の輻射反射物を上下に移動させた。

【0023】育成した単結晶から結晶軸方向と平行にサンプルを切り出し熱処理した後、OSFリングの発生位置を調べた。OSFリングは育成初期の20mmと育成後期の100mmの部分を除き、中心から約67mmの位置に発生していた。

【0024】〔実施例2〕直径16"の石英ルツボに高純度多結晶シリコン50kgを入れ、ボロンをドーブし、多結晶シリコンを加熱溶解したのち、直径150mmで結晶育成方位が〈100〉の単結晶を長さ1000mm育成した。単結晶育成中は、輻射温度計で結晶の表面温度を計測して、単結晶温度分布計算システムでV/Gを計算し、V/Gが0.22mm<sup>2</sup>/℃・min(一定)になるように、単結晶育成速度を操作すると共に、単結晶の周りに配し表面を鏡面に研磨した5枚のMo板製輻射反射物(1枚の寸法は250mm×150mm)の角度を操作した。

【0025】育成した単結晶から結晶軸方向と平行にサンプルを切り出し熱処理した後、OSFリングの発生位

置を調べた。OSFリングは育成初期の20mmと育成後期の100mmの部分を除き、中心から約15mmの位置に発生していた。

【0026】〔実施例3〕直径16"の石英ルツボに高純度多結晶シリコン50kgを入れ、ボロンをドーブし、多結晶シリコンを加熱溶解したのち、直径150mmで結晶育成方位が〈100〉の単結晶を長さ1000mm育成した。単結晶育成中は、輻射温度計で結晶の表面温度を計測して、単結晶温度分布計算システムでV/Gを計算し、単結晶の育成長さが500mmまではV/Gが0.22mm<sup>2</sup>/℃・min、育成長さが500mm以降は0.28mm<sup>2</sup>/℃・minになるように、単結晶育成速度を操作すると共に、カーボン輻射反射物の位置およびMo輻射反射物の角度を操作した。

【0027】育成した単結晶から結晶軸方向と平行にサンプルを切り出し熱処理した後、OSFリングの発生位置を調べた。OSFリングは20mmから450mmまでの部分においては中心から約15mmの位置に発生し、450mmからは徐々に外周へ移り、550mmから100mmを残すまでの部分においては中心から約67mmの位置に発生した。

【0028】各実施例におけるOSFリング発生位置を図2に示す。また、比較のためにV/Gを制御しない従来法の場合のOSFリング発生位置を示す。同図からわかるように、本発明によりV/Gの高精度な制御が可能となり、狙いとする位置にOSFリングを発生させることが可能となる。ちなみに、従来法は結晶の中心から35mmの位置にOSFリングを発生させることを狙って結晶育成を行った場合であるが、実際のOSFリング発生位置は狙い位置から大きくずれている。

【0029】

【発明の効果】以上に述べた通り、本発明の単結晶シリコン育成方法は伝熱計算を用いた炉内全体の温度分布計算により単結晶内部の温度勾配を求め、且つ融液からの輻射の遮断および/または反射により単結晶内部の温度勾配を操作することにより、V/Gの高精度な制御を可能とし、これにより狙いとする位置にOSFリングを発生させることができるという効果を奏する。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明を実施するのに適した装置の構成図である。

【図2】本発明の効果を示すグラフである。

【図3】チョクラスキー法の実施状態を示す概略断面図である。

【符号の説明】

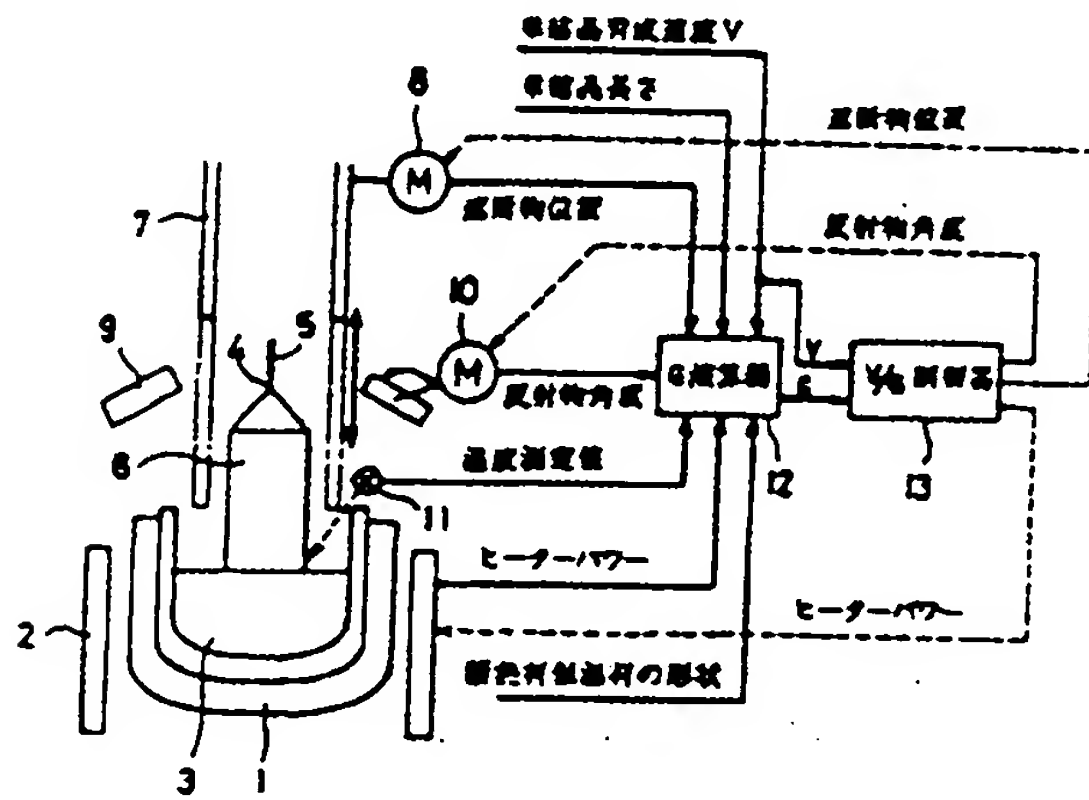
- 1 坩堝
- 2 加熱ヒーター
- 3 融液
- 4 種結晶
- 5 ワイヤ



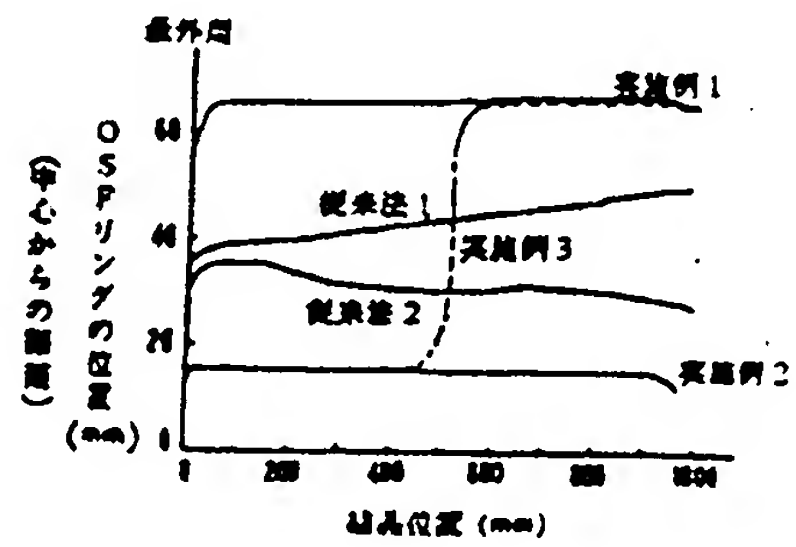
6 単結晶  
7 輻射遮断物

9 輻射反射物

【図1】



【図2】



【図3】

